

Audio test:



Termická analýza



Vysokorychlostní DSC

Přednášející: Doc. Jiří Sopoušek

Obsah

- Vysokorychlostní DSC (Perkin Elmer 1985)
- Rychlý ohřev nebo chlazení
- HyperDCS™ (hsDSC)

Vliv rychlosti na standard In pro DSC

Table 2.1 Onset and heat of fusion data from indium scanned at rates of up to 500°C/min after calibration showing that measurement of both temperature and energy is quantitative

Heating rate (°C/min)	Onset temperature (°C)	Heat flow (J/g)
20	156.60	28.81
100	156.74	28.35
200	156.67	28.43
300	156.74	28.58
400	156.69	28.32
500	156.75	28.57

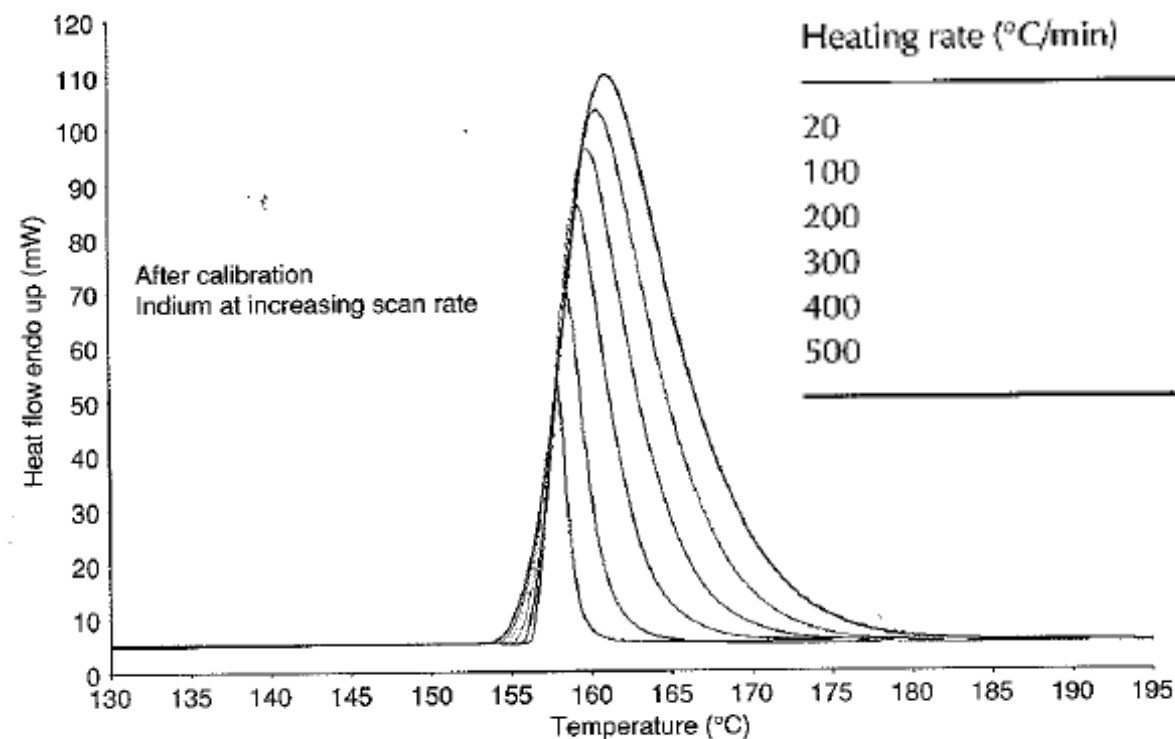


Figure 2.1 Indium after calibration, heated at rates of up to 500°C/min.

**Signál je
úměrný
rychlosti
ohřevu
(chladnutí)**

Realizace

Ohřev: malá hmotnost vzorku (cca 2-5mg) i pece, vysoký topný a chladicí výkon.

Pracovní plyn: helium, chlazení liquid N2



Použití

**Studium vzorků v metastabilních stavech (T_g , čistota),
Eliminace rovnovážných konkurenčních dějů**

Eliminace teplotních prodlev.

**Separace signálů různých kinetických dějů (např.
odpaření rozpouštědla a T_g)**

Forensické měření (um vzorky)

**Některé aplikace: studium vzorků citlivých na nečistoty v
plynu,...**

Teplovní režim

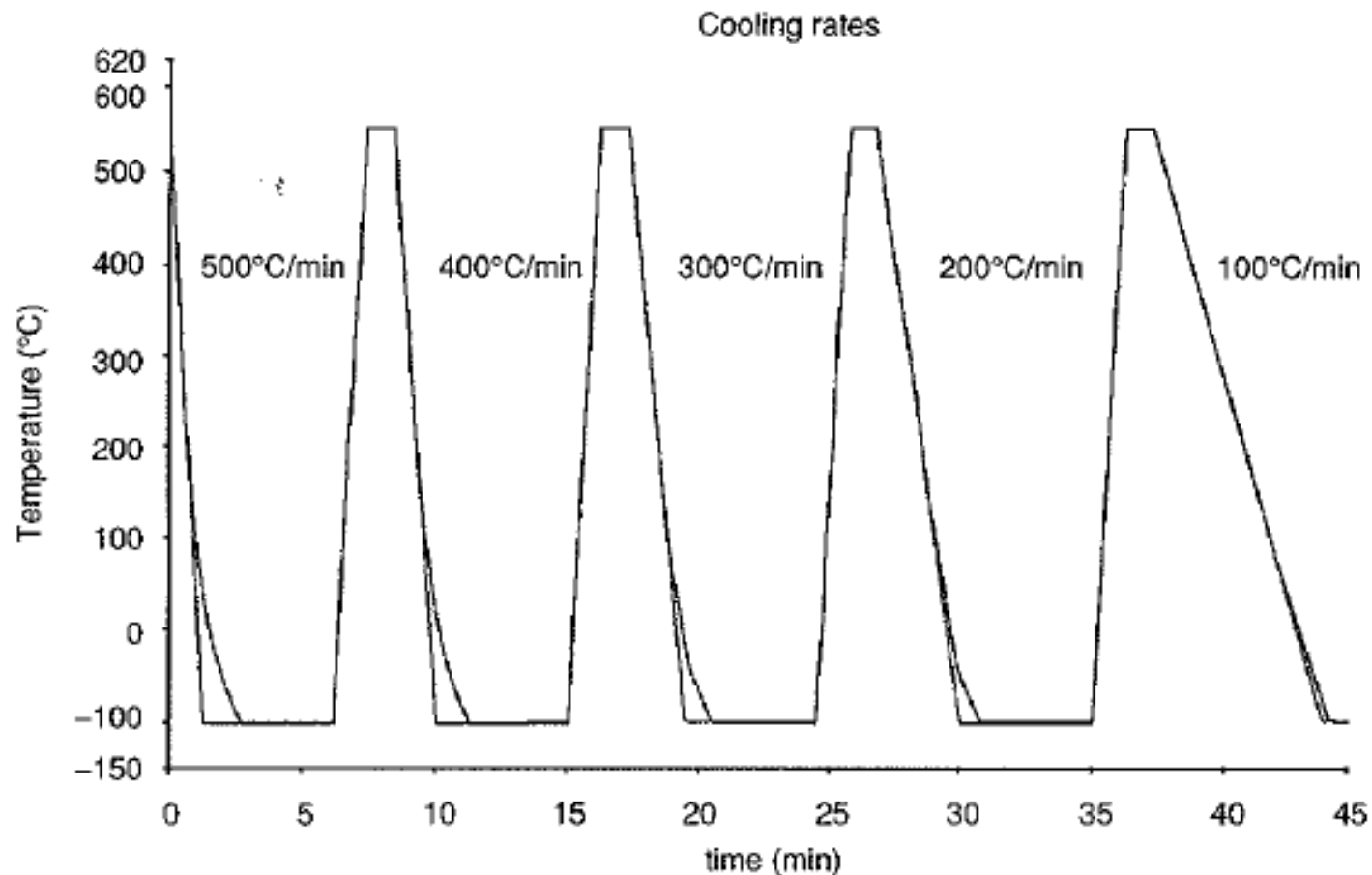


Figure 2.4 Cooling rates achieved with power compensation DSC equipped with liquid nitrogen cooling. The figure shows program temperature with the actual scan rate, which shows deviation at the lower temperatures. Rates of 200°C/min are achievable through the ambient region.

Zvýšení citlivosti

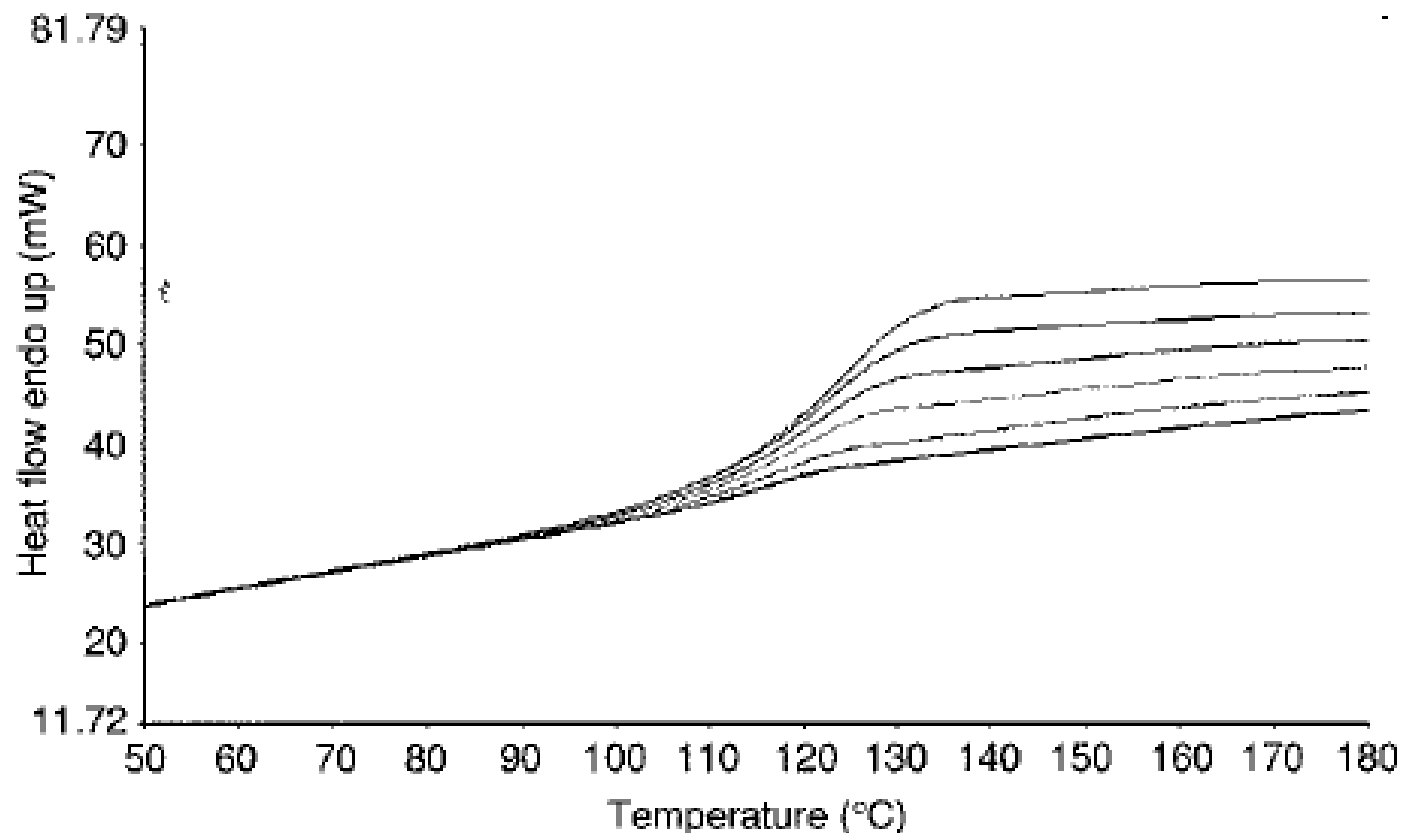


Figure 2.6 Increasing scan rate increases the size of the glass transition of PMMA. The increased sensitivity makes it possible to measure transitions that are difficult to see at low scan rates.

Zamezení posuvu tání k vyšším teplotám

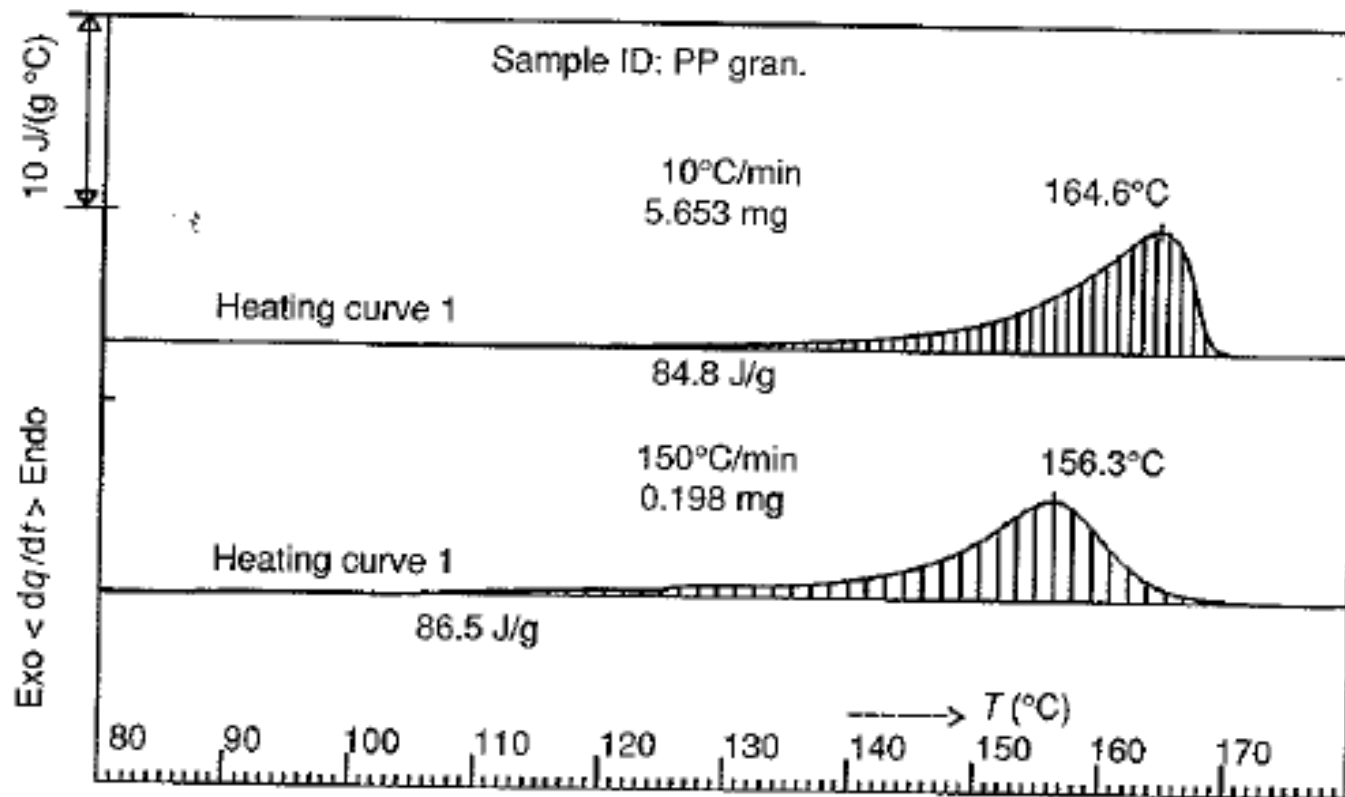


Figure 2.7 In the example above, polypropylene heated at 150°C/min melts at a lower temperature and with a broader profile than a sample heated at 10°C/min . Heating faster prevents any annealing processes which will displace the melting profile to higher temperatures. (Courtesy of Pijpers and Mathot.)

Rozlišení signálu vícevrstvého materiálu

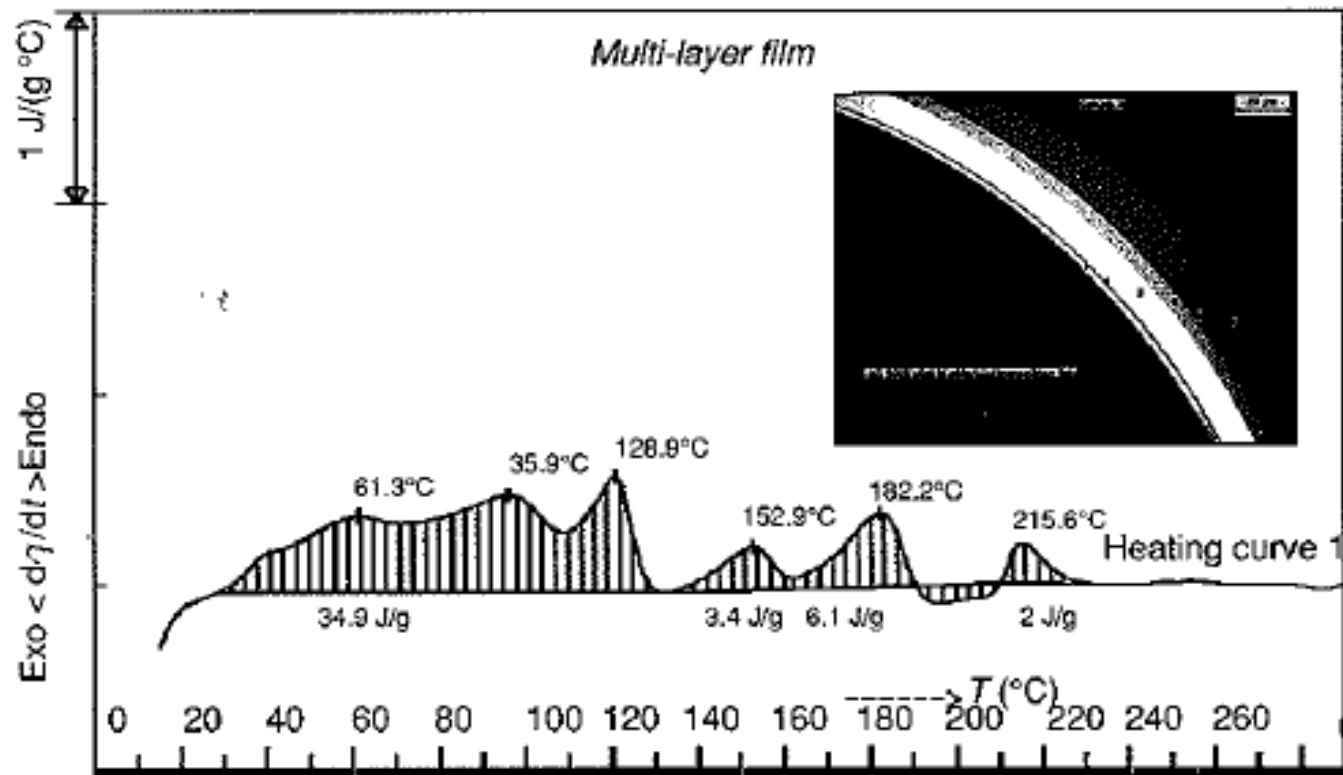
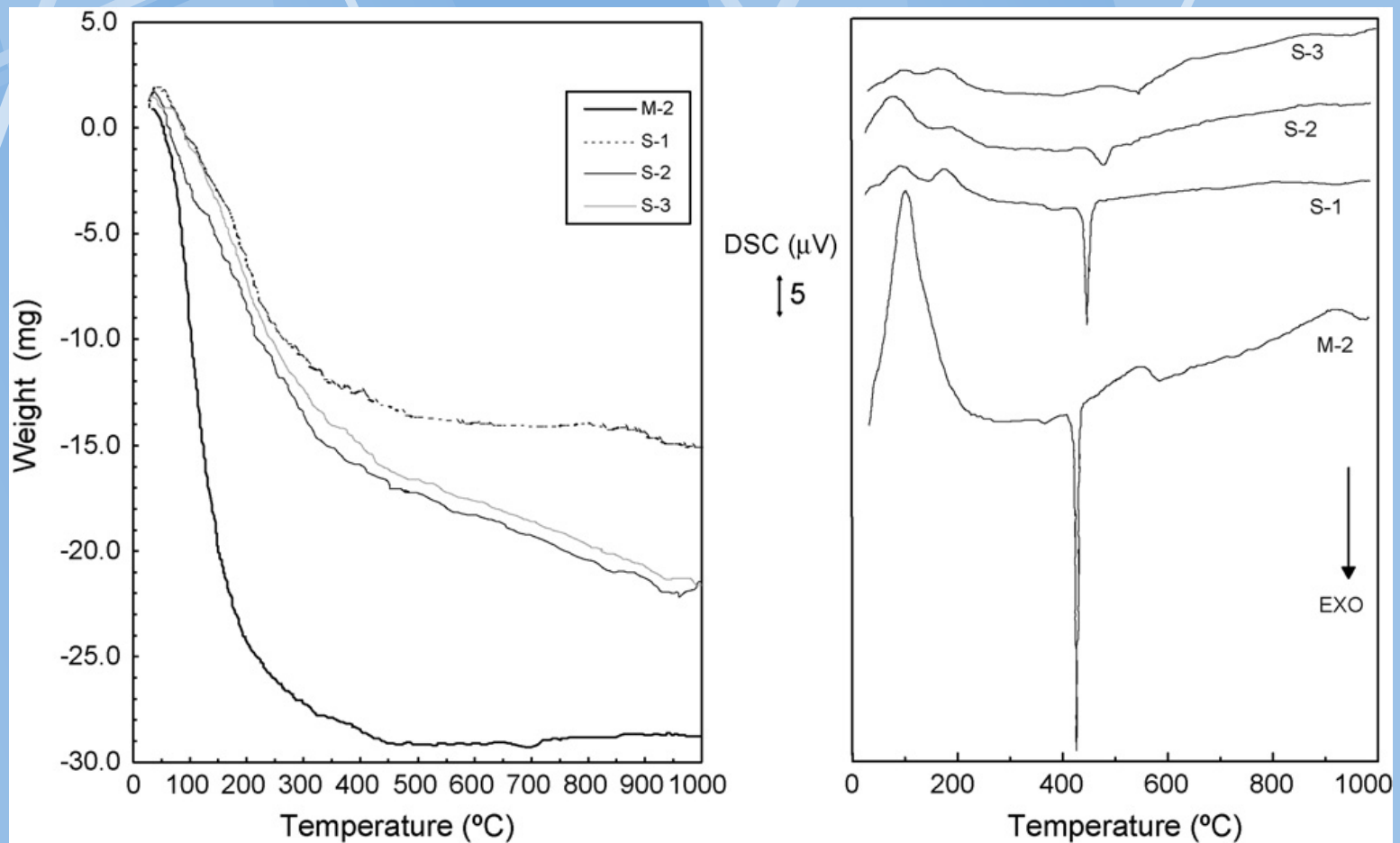


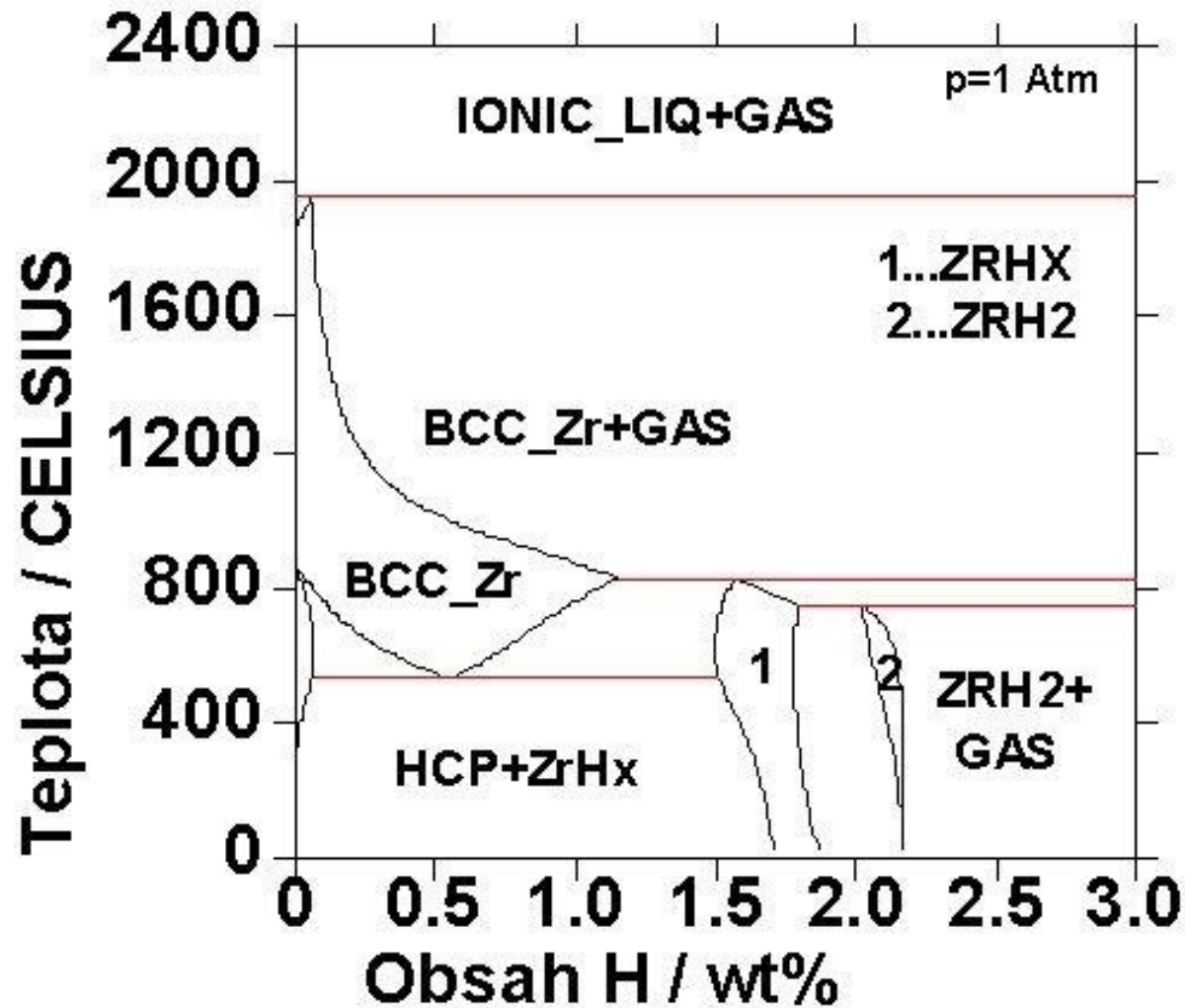
Figure 2.9 This shows the ability to distinguish a range of polymers of a multilayer film from their melting profile. In this case, the polymer is a thin film coated on the surface of a substrate from which it cannot easily be removed, heated at 150°C/min. At low rates sensitivity is insufficient to make these types of measurements. (Courtesy of Pijpers and Mathot.)

Diskuze

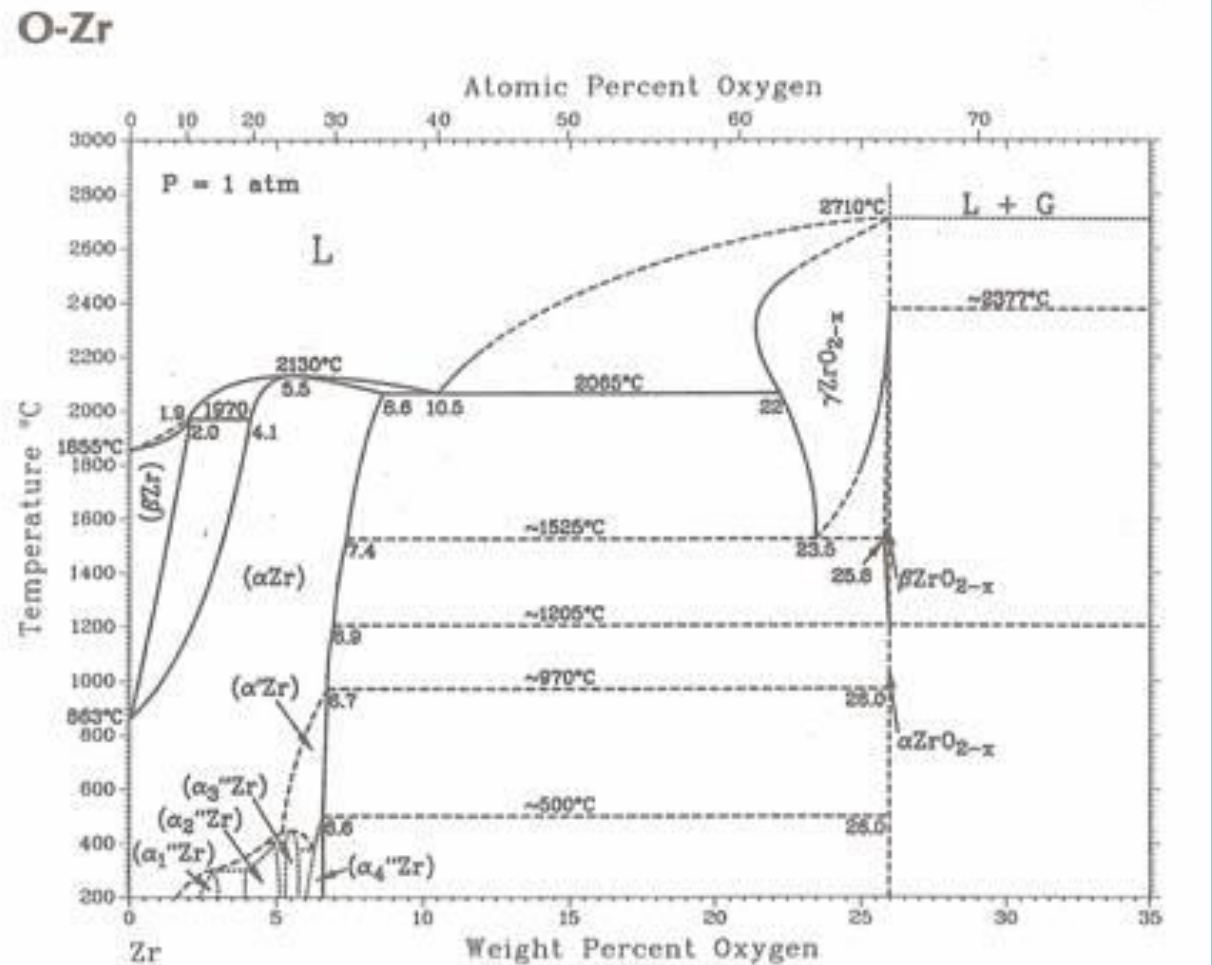
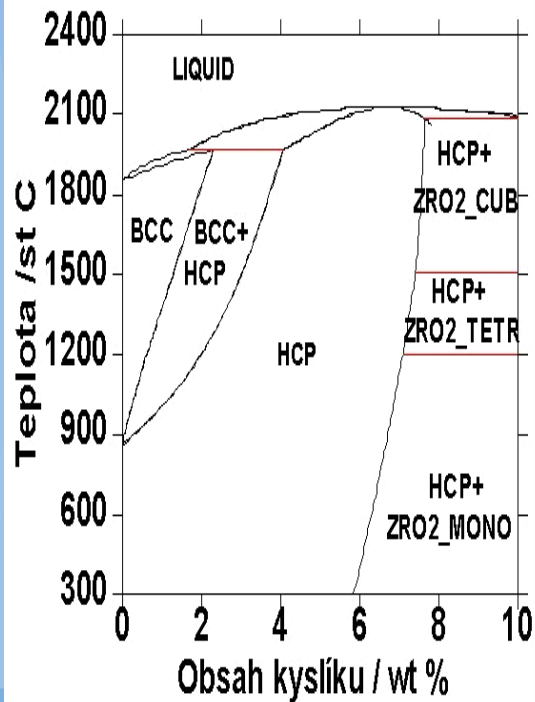
DSC zirkonia, ztráta vodíku



Zr-H system



Zr-O system



Zr-O-H system

